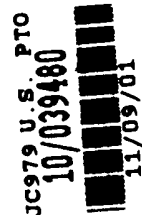


Attorney's Docket No. 2000DE435

Patent #1-5

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re U.S. patent of :  
Harald BAUER, et al. :  
Serial No. To be Assigned :  
Filed: November 9, 2001 :  
Title: DETERGENT BUILDER COMPOSITION



TRANSMITTAL OF CERTIFIED COPY

Commissioner for Patents  
And Trademarks  
Washington, DC 20231

Dear Sir:

In accordance with 35 U.S.C. 119 and the International Convention, the priority and benefit of the filing date of the following foreign patent application mentioned in the declaration of this application is hereby claimed:

Country: Federal Republic of Germany  
Application No. 100 56 346.5  
Filing Date: November 14, 2000

The certified copy of the above-mentioned patent application is attached.

Respectfully submitted,

A handwritten signature in dark ink, appearing to read 'Anthony A. Bisulca', written over a horizontal line.

Anthony A. Bisulca  
Registration No. 40,913

**(CUSTOMER NUMBER 25,255)**

Clariant Corporation  
Industrial Property Department  
4331 Chesapeake Drive  
Charlotte, North Carolina 28216  
Telephone: 704/395-6701  
Facsimile: 704/395-6727

November 9, 2001

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



JC979 U.S. PTO

10/039480



11/09/01

## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Äktenzeichen:** 100 56 346.5

**Anmeldetag:** 14. November 2000

**Anmelder/Inhaber:** Clariant GmbH, Frankfurt am Main/DE

**Bezeichnung:** Builder-Zusammensetzung

**IPC:** C 11 D 3/08

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 23. Oktober 2001  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

## Beschreibung

## 5 Builder-Zusammensetzung

Der Zwang zum Energiesparen bei Wasch- und Reinigungsprozessen, z.B. beim maschinellen Waschen von Textilien und Spülen von Geschirr, erfordert eine immer stärkere Senkung des Wasserverbrauchs. Wasch- und Reinigungsmittel, die auf wasserunlöslichen Buildersystemen wie Zeolith oder teillöslichen Systemen wie kristallinem schichtförmigem Natriumdisilicat basieren, stoßen damit zusehends an die Grenze ihrer Leistungsfähigkeit. Als negative Folge der Senkung des Wasserverbrauchs beobachtet man z.B. beim Waschen von Textilien – insbesondere bei dunkel gefärbten Textilien – weiße Rückstände auf den Geweben, die von nicht aufgelöstem oder schlecht dispergiertem Builder stammen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, eine Builder-Zusammensetzung bereitzustellen, die ein verbessertes Löserückstandsverhalten zeigt.

EP 0 650 926 beschreibt die Granulierung von kristallinem schichtförmigem Natriumdisilicat durch Rollkompaktierung unter Zugabe von Härtungsmitteln wie Wasser, Kieselöl, Kieselgel, Tenside, Wasserglas, Maleinsäure-Acrylsäure-Polymere und anderen Copolymeren. Ziel ist die Herstellung eines gegen mechanischen Abrieb resistenten Granulates.

EP 0 849 355 beschreibt eine pulverförmige Wasch- und Reinigungsmittel-Komponente, dadurch gekennzeichnet, dass sie ein Reaktionsprodukt aus einem alkalischen Silikat und einem sauren Polycarboxylat enthält. Die Schrift beschreibt ein Herstellverfahren, das dadurch gekennzeichnet ist, dass man auf ein alkalisches

US 5,540,855 beschreibt eine teilchenförmige Zusammensetzung bestehend aus kristallinem Schichtsilicat und einem festen in Wasser ionisierbaren Material ausgewählt aus der Gruppe der organischen Säuren, wobei das Mischungsverhältnis von Silicat zu Säure etwa 3.5:1 und der Gehalt an

5 nichtgebundener Feuchte weniger als 5 Gew.-% beträgt.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass Builder-Zusammensetzungen auf Basis von kristallinem schichtförmigem Natriumsilicat, die dadurch erhältlich sind, dass man kristallines schichtförmiges Natriumsilicat mit Wasser und einer sauren,

10  $H^+$ -abgebenden Komponente in einem bestimmten Verhältnis miteinander in Kontakt bringt, wobei die so erhaltenen Builder-Zusammensetzungen vorteilhafterweise anschließend mechanisch und/oder thermisch nachbehandelt werden, ein verbessertes Löserückstandsverhalten zeigen.

15 Gegenstand der Erfindung ist demnach eine Builder-Zusammensetzung, erhältlich durch miteinander in Kontakt bringen, von

a) kristallinem schichtförmigem Natriumsilikat der Formel  $NaMSi_xO_{2x+1} \cdot yH_2O$ , wobei M Natrium oder Wasserstoff, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 bedeuten,

20 b) Wasser und

c) einer sauren,  $H^+$ -abgebenden Komponente, wobei das

d) molare Verhältnis vom kristallinen schichtförmigen Natriumsilikat a) zur Gesamtmenge der abgebbaren  $H^+$  der sauren Komponente c) 4 : 1 bis 1000 : 1 beträgt und das

25

e) molare Verhältnis vom Wasser b) zur Gesamtmenge der abgebbaren  $H^+$  der sauren Komponente c) 3 : 1 bis 1000 : 1 beträgt.

Das in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) kann durch alle Verfahren

30

Das Wasser b) und/oder die saure Komponente c) können auch im gas- bzw. dampfförmigen Zustand mit dem kristallinen schichtförmigen Natriumsilicat a) in Kontakt gebracht werden.

- 5    Vorteilhafterweise werden die Komponenten a), b) und c) durch mischen miteinander in Kontakt gebracht.  
      Geeignete Mischer sind z.B. Lödige-Mischer, Pflugscharmischer, Eyrich-Mischer und Schugi-Mischer.  
      Bevorzugt betragen die Mischzeiten 0,5 s bis 60 min, besonders bevorzugt 2 s bis  
 10    30 min.

- Beim Mischen sind alle Mischvarianten denkbar, die eine ausreichende Durchmischung der Komponenten a), b) und c) gewährleisten.  
      Bei einer bevorzugten Ausführungsform werden zuerst die saure Komponente c) und das Wasser b) vermischt und anschließend wird die so erhaltene Mischung mit  
 15    dem kristallinen schichtförmigen Natriumsilicat a) vermischt.  
      In einer weiteren Ausführungsform wird zunächst die saure Komponente c) mit dem kristallinen schichtförmigen Natriumsilicat a) vermischt und anschließend wird das Wasser b) nachgemischt.  
 20    In einer weiteren Ausführungsform wird zunächst das Wasser b) mit dem kristallinen schichtförmigen Natriumsilicat a) vermischt und anschließend wird die saure Komponente c) nachgemischt.  
      Ebenfalls möglich ist eine Ausführungsform bei der die saure Komponente c) mit einem Teil des Wassers b) vermischt wird, danach mit dem kristallinen  
 25    schichtförmigen Natriumsilicat a) vermischt wird und schließlich der Rest des Wassers b) nachgemischt wird.

Die Zugabe vom Wasser b) und der sauren Komponente c) zum kristallinen schichtförmigen Natriumsilicat a) kann bei Umgebungstemperatur erfolgen, jedoch auch bei erhöhter Temperatur. Bevorzugt sind Temperaturen von 0 bis 400°C,

einzelne vorgenehzt werden.

Die Einhaltung der unter den Punkten d) und e) genannten molaren Verhältnisse ist von wesentlicher Bedeutung für die Erfindung.

Das molare Verhältnis d) vom kristallinen schichtförmigen Natriumsilikat a) zur Gesamtmenge der abgebbaren  $H^+$  der sauren Komponente c) beträgt bevorzugt

5 5:1 bis 550 :1, besonders bevorzugt 15:1 bis 150:1.

Das molare Verhältnis e) vom Wasser b) zur Gesamtmenge der abgebbaren  $H^+$  der sauren Komponente c) beträgt bevorzugt 4:1 bis 110:1, besonders bevorzugt 6:1 bis 85:1.

- 10 Bevorzugt handelt es sich bei den Natriumsilikaten a) um solche mit x-Werten von 2, 3 oder 4. Besonders bevorzugt sind Natriumdisilikate  $Na_2Si_2O_5 \cdot yH_2O$  mit x gleich 2. Bei den Natriumsilikaten a) kann es sich auch um Mischungen handeln.

- 15 Kristallines schichtförmiges Natriumdisilikat setzt sich aus wechselnden prozentualen Anteilen der polymorphen Phasen alpha, beta, delta und epsilon zusammen. In kommerziellen Produkten können auch amorphe Anteile enthalten sein.

- 20 Bevorzugte kristalline schichtförmige Natriumsilikate a) enthalten 0 bis 40 Gew.-% alpha-Natriumdisilikat, 0 bis 40 Gew.-% beta-Natriumdisilikat, 40 bis 100 Gew.-% delta-Natriumdisilikat und 0 bis 40 Gew.-% amorphe Anteile.

- Besonders bevorzugte kristalline schichtförmige Natriumsilikate a) enthalten 7 bis 21 Gew.-% alpha-Natriumdisilikat, 0 bis 12 Gew.-% beta-Natriumdisilikat und 65 bis 95 Gew.-% delta-Natriumdisilikat.

- 25 Insbesondere bevorzugt sind kristalline schichtförmige Natriumsilikate a) mit einem Gehalt von 80 bis 100 Gew.-% delta-Natriumdisilikat.

In einer weiteren Ausführungsform können auch kristalline schichtförmige Natriumsilikate a) mit einem Gehalt von 80 bis 100 Gew.-% beta-Natriumdisilikat

Das vorgenannte alpha-Natriumdisilikat entspricht dem in der EP-B-0 164 514 beschriebenen Na-SKS-5, charakterisiert durch die dort wiedergegebenen

Röntgenbeugungsdaten, die dem  $\alpha$ - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  zugeordnet werden, dessen Röntgenbeugungsdiagramme beim Joint Committee of Powder Diffraction Standards mit den Nummern 18-1241, 22-1397, 22-1397A, 19-1233, 19-1234 und 19-1237 registriert sind.

- 5 Das vorgenannte beta-Natriumdisilikat entspricht dem in der EP-B-0 164 514 beschriebenen Na-SKS-7, charakterisiert durch die dort wiedergegebenen Röntgenbeugungsdaten, die dem beta- $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  zugeordnet werden, dessen Röntgenbeugungsdiagramme beim Joint Committee of Powder Diffraction Standards mit den Nummern 24-1123 und 29-1261 registriert sind.
- 10 Das vorgenannte delta-Natriumdisilikat entspricht dem in der EP-B-0 164 514 beschriebenen Na-SKS-6, charakterisiert durch die dort wiedergegebenen Röntgenbeugungsdaten, die dem delta- $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$  zugeordnet werden, dessen Röntgenbeugungsdiagramme beim Joint Committee of Powder Diffraction Standards mit der Nummer 22-1396 registriert sind.

15

In einer besonderen Ausführungsform enthalten die kristallinen schichtförmigen Natriumsilikate a) zusätzliche kationische und/oder anionische Bestandteile.

Bei den kationischen Bestandteilen handelt es sich bevorzugt um Alkalimetallionen und/oder Erdalkalimetallkationen und/oder Fe, W, Mo, Ta, Pb, Al, Zn, Ti, V, Cr, Mn,

20 Co und/oder Ni.

Bei den anionischen Bestandteilen handelt es sich bevorzugt um Sulfate, Fluoride, Chloride, Bromide, Iodide, Carbonate, Hydrogencarbonate, Nitrate, Oxidhydrate, Phosphate und/oder Borate.

In einer besonderen Ausführungsform enthalten die kristallinen schichtförmigen

25 Natriumsilicate, bezogen auf den Gesamtgehalt an  $\text{SiO}_2$ , bis zu 10 Mol-% Bor.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform enthalten die kristallinen schichtförmigen Natriumsilicate, bezogen auf den Gesamtgehalt an  $\text{SiO}_2$ , bis zu 20 Mol-% Phosphor.

30 Die kationischen Bestandteile sind bevorzugt in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-% eingesetzt.

Insbesondere bevorzugt zu bis zu 0,1 mol. eingesetzt.

Bei der sauren,  $H^+$ -abgebenden Komponente c) kann es sich um anorganische Säuren, organische Säuren, saure Salze oder Mischungen derselben handeln. Bevorzugt handelt es sich bei der sauren Komponente c) um Protonensäuren, deren Anionen Bor, Kohlenstoff, Silizium, Stickstoff, Phosphor, Arsen, Antimon, Schwefel, Selen, Tellur, Fluor, Chlor und/oder Brom enthalten, Monocarbonsäuren, Dicarbonsäuren, Tricarbonsäuren, Oligocarbonsäuren, Polycarbonsäuren, Homo- und/oder Copolymere auf Monomerbasis von Acrylsäure, Maleinsäure, Vinylsulfonsäure, Vinylacetat, Asparaginsäure und/oder Zuckercarbonsäure, Natriumhydrogensulfat und/oder Natriumhydrogencarbonat.

10

Als Polycarbonsäuren besonders geeignet sind auch solche wie sie in GB-A-1,596,756 beschrieben sind.

Besonders bevorzugt als saure Komponente c) sind Schwefelsäure, Kieselsäuren, Sulfonsäuren, Phosphorsäure, Phosphonsäuren, insbesondere bevorzugt 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure und Aminopolymethylenphosphonsäure, Salzsäure, Borsäure, Kohlensäure, Essigsäure, Zitronensäure, Ascorbinsäure, Glutarsäure, Gluconsäure, Glucolsäure, Bernsteinsäure, Weinsäure, Hydroxybernsteinsäure, Maleinsäure, Malonsäure, Oxalsäure, Polyacrylsäuren mit Molgewichten von 200 bis 10000 g/mol, Copolymere auf Basis von Acrylsäure und Maleinsäure mit Molgewichten von 2000 bis 70000g/mol und/oder Natriumhydrogensulfat.

Insbesondere bevorzugt als saure Komponente c) sind Schwefelsäure, Kieselsäuren, Essigsäure, Zitronensäure, Polyacrylsäure mit Molgewichten von 1000 bis 5000 g/mol, Copolymere auf Monomerbasis von Acrylsäure und Maleinsäure mit Molekulargewichten von 4000 bis 70000g/mol und/oder Natriumhydrogensulfat.

Ganz besonders bevorzugt als saure Komponente c) ist die Schwefelsäure.

20



Vorteilhafterweise wird die nach dem in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) erhaltene Zusammensetzung noch mechanisch und/oder thermisch weiterbehandelt.

- 5 In einer bevorzugten Ausführungsform wird die nach dem in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) erhaltene Zusammensetzung gemahlen und anschließend gegebenenfalls kornfraktioniert.

Überraschenderweise bewirkt die Mahlung eine Verbesserung des

- 10 Löserückstandsverhaltens. Für die Mahlung bevorzugt sind Schwingmühlen, Kugelmühlen, Walzen- und Pendelrollenmühlen (z.B. solche der Fa. Neuman & Esser), Hammermühlen, Prallmühlen oder Luftstrahlmühlen (z.B. solche der Fa. Hosokawa-Alpine).

- 15 Das Mahlgut wird klassiert in Überkorn, Gutkorn und Unterkorn, bevorzugt durch Sichtung und/oder Siebung. Besonders bevorzugt kommt die Siebung in Betracht. Geeignete Siebe sind z.B. solche der Firmen Rhewum, Locker oder Allgeier.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird die nach dem in Kontakt

- 20 bringen der Komponenten a), b) und c) erhaltene Zusammensetzung kompaktiert, danach gemahlen und anschließend gegebenenfalls kornfraktioniert.

Überraschenderweise führt der Kompaktierungsschritt zu einer weiteren Verbesserung des Löserückstandsverhaltens.

- Bei der Kompaktierung handelt es sich bevorzugt um eine Rollkompaktierung, eine  
25 Pressgranulierung oder eine Brikettierung, besonders bevorzugt eine Rollkompaktierung.

Die Temperatur des Materials während der Kompaktierung beträgt bevorzugt zwischen 10 und 200°C, wobei die gewünschte Temperatur durch externe Heizung/Kühlung gesteuert werden kann oder sich durch die freiwerdende

Bei der Rollkompaktierung beträgt der Pressdruck bevorzugt zwischen 2 und

200 kN/cm Walzenbreite, besonders bevorzugt zwischen 10 und 100 kN/cm Walzenbreite.

Als Rollkompaktoren eignen sich z.B. solche der Firmen Hosokawa-Bepex und Alexanderwerk.

- 5 Die bei der Rollkompaktierung entstehenden Schülpen werden mit Mühlen einschlägigen Typs zerkleinert und gegebenenfalls kornfraktioniert

- 10 Die Kompaktierung kann diskontinuierlich in Batch-Fahrweise erfolgen oder auch kontinuierlich. Bei kontinuierlichem Betrieb wird in Kreislauffahrweise das Unterkorn in den Kompaktor zurückgespeist und das Grobkorn wird in die Mühle zurückgeführt.

- Bei der Kompaktierung können gegebenenfalls bis zu 10 Gew.-% Kompaktierhilfsmittel, bevorzugt Wasser, Wasserglas, Polyethylenglykole, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymere, modifizierte und/oder unmodifizierte Cellulosen, Bentonite, Hectorite, Saponite und/oder andere Waschmittelinhaltsstoffe, zugesetzt werden.
- 15

- Überraschenderweise wurde weiterhin gefunden, dass eine Wärmebehandlung der Builder-Zusammensetzung zu einer weiteren Verbesserung des Löserückstandsverhaltens führt.
- 20

Die Wärmebehandlung kann direkt nach dem in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) erfolgen oder aber sie kann nach dem Kompaktieren, nach dem Mahlen oder nach dem Kornfraktionieren erfolgen. Mehrfache Wärmebehandlungen auf verschiedenen Verfahrensstufen sind auch im Sinne der Erfindung.

- 25 Die Wärmebehandlung erfolgt bevorzugt bei Temperaturen zwischen 30 und 400°C, besonders bevorzugt zwischen 40 und 150°C.

Die Dauer der Wärmebehandlung beträgt bevorzugt 0,5 bis 1000 min, besonders bevorzugt 2 bis 120 min.

Geeignete Apparate für die Wärmebehandlung sind z.B. Wirbelbetten, Band- und

Besonders bevorzugt ist ein Verfahren, bei dem nach dem in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) zuerst wärmebehandelt, dann kompaktiert, dann gemahlen und anschließend gegebenenfalls kornfraktioniert wird.

- 5 Weiterhin besonders bevorzugt ist ein Verfahren bei dem nach dem in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) zuerst kompaktiert, dann gemahlen, dann gegebenenfalls kornfraktioniert und anschließend wärmebehandelt wird.

- 10 Bevorzugt wird die erfindungsgemäße Builder-Zusammensetzung als Pulver mit einer mittleren Teilchengröße von 0,1 bis 4000  $\mu\text{m}$ , besonders bevorzugt 10 bis 500  $\mu\text{m}$ , insbesondere bevorzugt 20 bis 200  $\mu\text{m}$ , eingesetzt.

- 15 In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird die erfindungsgemäße Builder-Zusammensetzung als Granulat mit einer mittleren Teilchengröße von 200 bis 2000  $\mu\text{m}$ , bevorzugt 400 bis 900  $\mu\text{m}$ , eingesetzt.

- Ebenfalls bevorzugt ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung als gemahlenes Granulat mit einer mittleren Teilchengröße von 0,1 bis 300  $\mu\text{m}$ , bevorzugt 10 bis 200  $\mu\text{m}$ .

- 20 Weiterhin sind die erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzungen bevorzugt dadurch gekennzeichnet, dass der Löserückstand einer 0,25 %igen wässrigen Lösung, bei 20°C und nach 20 Minuten Rühren, kleiner oder gleich 50%, bevorzugt kleiner oder gleich 30%, ist.

- 25 Gegenstand der Erfindung sind auch Wasch- und Reinigungsmittel enthaltend mindestens eine der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzungen.

- Bei den Waschmitteln handelt es sich bevorzugt um Vollwaschmittel, Compact-  
 30 waschmittel, Eco-Waschmittel, Geschirrspülmittel, Handwaschmittel, Baby-  
 waschmittel, Baby- und Kindereinwaschmittel, Baby- und Kindereinwaschmittel,  
 Vollwaschmittel, Baukasten-Waschmittel und gewerbliche Waschmittel.

Bei den Reinigungsmitteln handelt es sich bevorzugt um Maschinengeschirreiniger und Maschinengeschirrspülmittel. Hier sind Silikate vor allem wegen ihrer guten Schmutzdispergierung, ihrer hohen Alkalität und wegen ihrer Schutzwirkung für das Glas gefragt. Unter Glasschädigung versteht man dabei sowohl die Bildung von

5 schichtförmigen Ablagerungen auf Gläsern als auch die Erosion der Glasoberfläche - beides führt zu den bekannten unerwünschten Trübungen von Gläsern.

Bevorzugte Wasch- und Reinigungsmittel enthalten

- a) 0,5 bis 99 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung
- 10 b) optional 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Cobuilder
- c) optional 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 30 Gew.-%, grenzflächenaktive Stoffe
- d) optional 1 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Bleichsysteme
- e) optional 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, pH-Regulatoren
- 15 f) ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

Besonders bevorzugte Wasch- und Reinigungsmittel enthalten

- a) 0,5 bis 99 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung
- b) 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Cobuilder
- 20 c) optional 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 30 Gew.-%, grenzflächenaktive Stoffe,
- d) optional 1 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Bleichsysteme
- e) optional 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, pH-Regulatoren
- f) ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

25


Weiterhin besonders bevorzugte Wasch- und Reinigungsmittel enthalten

- a) 0,5 bis 99 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung
- c) 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 30 Gew.-%, grenzflächenaktive Stoffe
- b) optional 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Cobuilder
- 30 d) optional 1 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Bleichsysteme
- e) optional 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, pH-Regulatoren
- f) ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.


Weiterhin besonders bevorzugte Wasch- und Reinigungsmittel enthalten

- a) 0,5 bis 99 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung
- d) 1 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Bleichsysteme
- b) optional 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Cobuilder
- 5 c) optional 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 30 Gew.-%, grenzflächenaktive Stoffe
- e) optional 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, pH-Regulatoren
- f) ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

10 Weiterhin besonders bevorzugte Wasch- und Reinigungsmittel enthalten

- a) 0,5 bis 99 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung
-  e) 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, pH-Regulatoren
- b) optional 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Cobuilder
- c) optional 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 30 Gew.-%, grenzflächenaktive Stoffe,
- 15 d) optional 1 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Bleichsysteme
- f) ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

Weiterhin besonders bevorzugte Wasch- und Reinigungsmittel enthalten

- 20 a) 0,5 bis 99 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung
- b) 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Cobuilder
- c) 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 30 Gew.-%, grenzflächenaktive Stoffe,
-  d) optional 1 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Bleichsysteme
- e) optional 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, pH-Regulatoren
- 25 f) ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

Weiterhin besonders bevorzugte Wasch- und Reinigungsmittel enthalten

- a) 0,5 bis 99 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung
- b) 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Cobuilder

c) optional 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 30 Gew.-%, grenzflächenaktive Stoffe,

d) optional 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, pH-Regulatoren

f) ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

Weiterhin besonders bevorzugte Wasch- und Reinigungsmittel enthalten

- a) 0,5 bis 99 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung
- b) 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Cobuilder
- c) 1 bis 50 Gew.-%, bevorzugt 2 bis 30 Gew.-%, grenzflächenaktive Stoffe,
- 5 d) 1 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, Bleichsysteme
- e) 0,5 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 50 Gew.-%, pH-Regulatoren
- f) ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

Spezielle Wasch- und Reinigungsmittel enthalten 1 bis 50 Gew.-%, z.B.

- 10 Vollwaschmittel, Colorwaschmittel, Wasserenthärter und Fleckensalze, oder 60 bis 100 Gew.-%, z.B. Baukasten-Waschmittelsysteme, der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung.

Andere spezielle Wasch- und Reinigungsmittel, z.B. Maschinengeschirreiniger,

15 enthalten 1 bis 30 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung.

Bei den Cobuildern handelt es sich bevorzugt um kristalline Aluminosilikate, mono-, oligo- oder polymere oder copolymere Carbonsäuren, Alkalicarbonate, Alkaliortho-, Alkalipyro- und Alkalipolyphosphate, kristalline Schichtsilikate, kristalline

- 20 Alkalisilikate ohne Schichtstruktur und/oder röntgenamorphe Alkalisilikate.

Bei den Bleichsystemen handelt es sich bevorzugt um Aktivchlorträger und/oder organische oder anorganische Aktivsauerstoffträger, Bleichaktivatoren (z.B. TAED), Bleichkatalysatoren, Enzyme zur Entfernung von Verfärbungen, Perborate und/oder

- 25 Percarbonate.

Bei den grenzflächenaktiven Substanzen handelt es sich bevorzugt um anionische, kationische, nicht-ionische und/oder zwitterionische Tenside.

- Unter den Alkylalkoxylaten werden bevorzugt ethoxylierte Alkohole, bevorzugt primäre Alkohole, mit bevorzugt 8 bis 22 C Atomen und bevorzugt 1 bis 80 EO-Einheiten pro Mol Alkohol, eingesetzt, wobei der Alkoholrest linear oder bevorzugt in 2-Stellung methylverzweigt ist oder lineare und methylverzweigte Reste im Gemisch enthält, so wie dies üblicherweise in Oxoalkoholresten der Fall ist. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise C<sub>11</sub>-Alkohole mit 3, 5, 7, 8 und 11 EO-Einheiten, (C<sub>12</sub>-C<sub>15</sub>)-Alkohole mit 3, 6, 7, 8, 10 und 13 EO-Einheiten, (C<sub>14</sub>-C<sub>15</sub>)-Alkohole mit 4, 7 und 8 EO-Einheiten, (C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>)-Alkohole mit 8, 11, 15, 20, 25, 50 und 80 EO-Einheiten und Mischungen derselben. Die angegebenen
- 5 Ethoxylierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Zusätzlich zu diesen können auch Fettalkohol-EO/PO-Addukte eingesetzt werden, wie z.B. die <sup>®</sup>Genapoi-Typen 3970, 2909 und 2822 der Fa. Clariant GmbH.
- Weitere geeignete Tenside sind Polyhydroxyfettsäureamide der Formel R<sub>2</sub>-CO-
- 15 N(R<sub>3</sub>)-Z, in der R<sub>2</sub>CO für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R<sub>3</sub> für Wasserstoff, einen Alkyl oder Hydroxyalkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und Z für einen linearen oder verzweigten Polyhydroxyalkylrest mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen und 3 bis 10 Hydroxylgruppen steht.
- 20 Bevorzugt werden Alkylglykoside der allgemeinen Formel RO(G)<sub>x</sub> eingesetzt, wobei R einen primären geradkettigen oder methylverzweigten, insbesondere in 2-Stellung methylverzweigten, aliphatischen Rest mit 8 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, bedeutet und G für eine Glykoseeinheit mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise für Glucose, steht. Der Oligomerisierungsgrad x,
- 25 der die Verteilung von Monoglykosiden und Oligoglykosiden angibt, ist bevorzugt eine Zahl zwischen 1 und 10, besonders bevorzugt liegt x zwischen 1,2 und 1,4.

Bevorzugt werden alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte oder ethoxylierte und propoxylierte Fettsäurealkylester, vorzugsweise mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette, insbesondere Fettsäuremethylester, eingesetzt.

30

WO 90/00012, veröffentlicht am 1. März 1990, ist die internationale Patentanmeldung vom 1. März 1989 beschriebenen Verfahren hergestellt werden, eingesetzt.

Als anionische Tenside vom Sulfonat-Typ kommen vorzugsweise die bekannten (C<sub>9</sub>-C<sub>13</sub>)-Alkylbenzolsulfonate, alpha-Olefinsulfonate und Alkansulfonate in Betracht. Geeignet sind auch Ester von Sulfofettsäuren bzw. die Disalze der alpha-Sulfofettsäuren. Weitere geeignete anionische Tenside sind sulfierte

- 5 Fettsäureglycerinester, welche Mono-, Di- und Triester sowie deren Gemische darstellen, wie sie bei der Herstellung durch Veresterung durch 1 Mol Monoglycerin mit 1 bis 3 Mol Fettsäure oder bei der Umesterung von Triglyceriden mit 0,3 bis 2 Mol Glycerin erhalten werden. Als Alkylsulfate eignen sich insbesondere die Schwefelsäuremonoester der (C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>)-Fettalkohole, wie Lauryl-, Myristyl-, Cetyl-  
 10 oder Stearylalkohol und die aus Kokosöl, Palm- und Palmkernöl gewonnenen Fettalkoholgemische, die zusätzlich noch Anteile an ungesättigten Alkoholen, z.B. Oleylalkohol, enthalten können.

- Als weitere anionische Tenside kommen insbesondere Seifen in Betracht. Geeignet sind gesättigte Fettsäureseifen, wie die Salze der Laurinsäure, Myristinsäure,  
 15 Palmitinsäure, Stearinsäure, hydrierten Erucasäure und Behensäure, sowie insbesondere solche aus natürlichen Fettsäuren, wie z.B. Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren, abgeleitete Seifengemische. Die anionischen Tenside können in Form ihrer Natrium-, Kalium- oder Ammoniumsalze, sowie als lösliche Salze organischer Basen, wie Mono-, Di- oder Triethanolamin, vorliegen. Vorzugsweise  
 20 liegen die anionischen Tenside in Form ihrer Natrium- oder Kaliumsalze, insbesondere in Form der Natriumsalze, vor.

Bei den pH-Regulatoren handelt es sich bevorzugt um Soda, Zitronensäure, Natriumcitrat und/oder Bicarbonat.

- 25 Schließlich können die Wasch- und Reinigungsmittel gegebenenfalls noch Enzyme, wie z.B. Protease, Amylase, Lipase und Cellulase, enthalten.

- Gegenstand der Erfindung sind auch Komponenten für Waschmittel-Baukastensysteme, die bevorzugt 60 bis 100 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-  
 30 Zusammensetzung enthalten

Gegenstand der Erfindung sind weiterhin Wasserenthärter, die mindestens eine der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzungen enthalten. Wasserenthärter üben



vor allem in Regionen mit hoher Wasserhärte einen leistungssteigernden Effekt auf das Waschergebnis und einen Schutzeffekt hinsichtlich der Waschmaschine aus.

Bevorzugte Wasserenthärter enthalten

- 5    a)    0,5 bis 99 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung
  - b)    optional 0,5 bis 80 Gew.-% Cobuilder
  - c)    optional 0 bis 15 Gew.-% grenzflächenaktive Substanzen
  - d)    optional 0,5 bis 80 Gew.-% pH-Regulatoren
- 10   Als Komponenten a), b), c) und d) werden bevorzugt die weiter oben aufgeführten Verbindungen eingesetzt.

- Die erfindungsgemäße Builder-Zusammensetzung kann ausdrücklich auch als Komponente zur Herstellung von Compounds für Wasch- Reinigungsmittel,
- 15   Wasserenthärter und Waschmittel-Baukastensysteme verwendet werden. Mit Compounds ist es möglich, spezielle Effekte zu erzielen. So können z.B. flüssige Komponenten in pulver- oder tablettenförmige Wasch- und Reinigungsmittel eingearbeitet werden. Außerdem ist so das Einfärben oder Sprenkeln von Wasch- und Reinigungsmitteln möglich. Ebenso lassen sich dadurch spezielle
- 20   Desintegrationseffekte, bessere Dispergierung von schwer dispergierbaren Komponenten oder die Porosität von Tabletten erzielen.

- Die Compounds enthalten bevorzugt
- 25   a)    70 bis 99,5 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung, bevorzugt als Pulver mit mittleren Teilchengrößen von 1 bis 500 µm, besonders bevorzugt 20 bis 100 µm, oder in einer anderen Ausführungsform bevorzugt als Granulat mit einer mittleren Teilchengröße von 200 bis 2000 µm, bevorzugt 300 bis 900 µm, und
- b)    0,5 bis 30 Gew.-% anionische, kationische, nichtionische und/oder

Als Tenside c) werden bevorzugt die weiter oben aufgeführten Verbindungen eingesetzt.

Andere bevorzugte Compounds enthalten

- 5 a) 50 bis 99 Gew.-% der erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzung,
- b) 0,01 bis 10 Gew.-% Farbstoff
- c) ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

10 Die Wasch-, Reinigungsmittel, Wasserenthärter und Baukasten-Komponenten können z.B. in Pulverform, Granulatform, Gelform, Flüssigform oder Tablettenform eingesetzt werden.

Zur Herstellung der Tabletten wird die jeweilige Zusammensetzung mittels einer Tablettenpresse in die entsprechende Form gepresst, wobei die Form vielgestaltig sein kann (z.B. zylinderförmig, quaderförmig, ellipsenförmig, ringförmig etc). Im Falle  
15 der Zylinderform kann das Verhältnis von Radius zu Höhe zwischen 0,2 bis 5 betragen. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm<sup>2</sup> betragen. Der Pressdruck ist im wesentlichen unabhängig von der geometrischen Form der Tablette.

Für die Tablettierung von Maschinengeschirreinigern sind Pressdrücke von 0,7 bis  
20 14,2 kN/cm<sup>2</sup> bevorzugt, besonders bevorzugt sind Drücke von 2,8 bis 10 kN/cm<sup>2</sup>. Bevorzugt ist auch die mehrstufige Verpressung zu komplexeren Formen. Die Aufteilung in verschiedene Kompartimente dient einer gewissen Trennung von ansonsten miteinander unverträglichen Inhaltsstoffen.

Für Mehrschichttabletten werden beliebige Anteile der Formulierung in mehreren  
25 Schritten nacheinander aufeinander gepresst, so dass sich mehrere Schichten ergeben. Im Falle einer Zweischichttablette ist dabei besonders bevorzugt ein Schichtdickenverhältnis der beiden Schichten von 1 : 10 bis 10 : 1.

Andere Anwendungsformen sind z.B. Tabletten mit eingefügten kugelförmigen Kompartimenten. Die unterschiedlichen Schichten und Kompartimente der Tabletten

Die nachfolgenden Beispiele dienen der Erläuterung der Erfindung ohne sie jedoch einzuschränken.

Bestimmung der Phasenzusammensetzung der eingesetzten kristallinen schichtförmigen Natriumdisilicate:

Eine gemörserte Feststoffprobe wird in einem Röntgenpulverdiffraktometer Philips PW1710 vermessen (CuK alpha 2-Strahlung, Wellenlänge 1,54439 Angström,

- 5 Beschleunigungsspannung 35kV, Heizstrom 28 mA, Monochromator, Scangeschwindigkeit 3 Grad 2 theta pro Minute). Die gemessenen Intensitäten werden wie folgt ausgewertet:

	Substanz	charakteristischer Peak (d-Wert in Angström)
	Alpha-Phase	3,29 +/- 0,07, typisch 3,31
10	Beta-Phase	2,97 +/- 0,06
	Delta-Phase	3,97 +/- 0,08

Die kristallinen Anteile in Gewichtsprozent errechnen sich aus den Intensitäten  $I_a$ ,  $I_b$  und  $I_d$  - gemessen in Impulsen - der alpha, beta und delta Phase nach folgenden

- 15 Formeln:

Alpha-Gehalt:	$A [\%] = 100 \cdot I_a / (I_a + I_b + I_d)$
Beta-Gehalt:	$B [\%] = 1,41 \cdot 100 \cdot I_b / (I_a + I_d)$
Delta-Gehalt:	$D [\%] = 100 - A - B$

- 20 Zur Bestimmung des röntgenamorphen Anteils (AM) wird der Untergrund (Impulse) des Röntgenpeaks bei einem d-Wert von 2,65 Angström bestimmt ( $I_{am}$ ) und mit folgender empirischen Formel in den Prozentgehalt umgerechnet:

$$AM [\%] = (I_{am} - 70) \cdot 100 / 450$$

- 25 Sollen in einer Analyse neben den kristallinen Anteilen auch röntgenamorphe Anteile genannt werden, so werden die Gehalte A, B, C um AM korrigiert.

Kompaktieren und Mahlen der Builder-Zusammensetzungen:

In einem Rollkompaktor (Firma Hosokawa-Bepex) wird das Ausgangsmaterial mit

Walzenlänge entsteht. Die Walzenumdrehung wird auf Stufe 3 bis 7 gestellt, der Walzenspalt beträgt 0,1 mm. Die entstehenden Schülpen (Länge ca. 50mm, Dicke

- ca. 2 bis 5 mm, Breite ca. 10 bis 15 mm) werden in einer Hammermühle (Typ UPZ, Fa. Alpine) mit einem Sieblochdurchmesser von 5mm bei einer Umdrehungszahl von 600 bis 1400 Upm gebrochen. Vom gebrochenen pulverförmigen Produkt werden Überkorn (Sieb mit Lochdurchmesser 1000  $\mu\text{m}$ ) und Unterkorn (Sieb mit Lochdurchmesser 300  $\mu\text{m}$ ) abgetrennt. Das Überkorn wird einem weiteren Mahlschritt unterworfen und nochmals gesiebt. Die beiden Fraktionen mit Teilchengröße zwischen 300  $\mu\text{m}$  und 1000  $\mu\text{m}$  werden vereinigt.

Bestimmung der Kornverteilung der Builder-Zusammensetzungen durch

#### 10 Siebanalyse:

- In eine Siebmaschine der Fa. Retsch werden die Einsätze mit den gewünschten Sieben eingesetzt. Dabei nimmt die Maschenweite der Siebe von oben nach unten ab. 50 g des zu untersuchenden Pulvers werden auf das weiteste Sieb aufgegeben. Durch die Schwingbewegung der Siebmaschine wird das Pulvermaterial durch die verschiedenen Siebe befördert. Die Rückstände auf den Sieben werden ausgewogen und rechnerisch auf die Materialeinwaage bezogen. Aus den Werten kann der  $d_{50}$ -Wert berechnet werden.

Herstellung der Testwaschmittel:

- 20 Die optischen Aufheller werden in einem Viertel der Menge des geschmolzenen Alkylethoxylates angerührt und in einem Haushalts-Multimixer (Fa. Braun) mit der Hälfte der Soda- bzw. Bicarbonat- bzw. Phosphat-Menge gemischt. In einem Pflugschermischer der Fa. Lödige werden die Rest-Soda und die Gesamtmengen an erfindungsgemäßer Builder-Zusammensetzung, Phosphat, Zeolith, Bicarbonat, Zitronensäure bzw. Polymer 15 Minuten bei 300 U/min gemischt. Danach wird die Hälfte des verbliebenen Alkylethoxylates in 5 Minuten aufgesprüht. Danach wird die erfindungsgemäße Builder-Zusammensetzung zugegeben und 10 Minuten gemischt. Dann wird die restliche zweite Hälfte des Alkylethoxylates in weiteren 5 Minuten aufgesprüht. Schließlich werden Alkylsulfonat, Polyvinylpyrrolidon,

Taumelmischer wird die Mischung aus dem Lödige-Mischer unter geringer Scherbelastung mit Percarbonat, Perborat, TAED bzw. Enzymen versetzt und

5 Minuten vermischt.

Tablettierung von Waschmitteln:

Zur Tablettierung werden die Waschmittelformulierungen gemischt und mit einer

- 5 Tablettenpresse der Fa. Matra in die entsprechende Form gepresst. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm<sup>2</sup> betragen. Die Presslinge haben eine Höhe von ca. 18 mm und einen Durchmesser von 41 mm.

Herstellung der Maschinengeschirreiniger:

- 10 In einem Pflugschärmer der Fa. Lödige werden die festen Komponenten, außer Enzyme, Bleiche und Parfüm, vorgelegt und gut gemischt. Dann wird das Alkylethoxylat aufgesprüht. Enzyme, Parfüm und Bleichsystem werden zum Schluss untergemischt.

- 15 Durchführung der Löserückstandstests:

800 ml Leitungswasser (Wasserhärte 20 Grad deutscher Härte, Molverhältnis ca:Mg= ca. 4:1) werden auf 20 °C temperiert. 2 g der Testsubstanz werden zugegeben und 20 min mit einem Magnetrührer gerührt. Mit dem leichten Vakuum einer Wasserstrahlpumpe wird die Dispersion in einem Büchner-Trichter

- 20 (Durchmesser ca. 95 mm, Typ WFK 10A von wfk-Testgewebe GmbH, Christenfeld 10, 41379 Brueggen, Deutschland) durch ein Baumwollgewebe gesaugt. Das Sieb wird bei 80 bis 100°C 1 Stunde im Umlufttrockenschrank getrocknet. Die Gewichtszunahme wird auf die Einwaage bezogen, auf Prozente normiert und als Löserückstand (KRT in %) bezeichnet.

25

Beispiel 1 (Vergleich):

Von einem kommerziell erhältlichen kristallinen schichtförmigen Natriumdisilikat-Granulat (SKS-6 Granulat, Clariant GmbH) werden der Löserückstand, die Schüttdichte und der mittlere Teilchendurchmesser  $d_{50}$  bestimmt. Die Messwerte

#### Beispiel 2 (Vergleich):

Von einem kommerziell erhältlichen kristallinen schichtförmigen Natriumdisilikat-Pulver (SKS-6 Pulver, Clariant GmbH) wird der Löserückstand bestimmt. Die Messwerte sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Die Röntgenpulverdiffraktometrie ergibt folgende Phasenzusammensetzung: Alpha-Disilicat 19,1 Gew.-%, Beta-Disilicat 9,4 Gew.-% und Delta-Disilicat 71,5 Gew.-%.

#### Beispiel 3:

In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in vier Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilikat-Pulver aus Beispiel 2 mit einer Lösung aus 96 %-iger Schwefelsäure und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu insgesamt 18 kg Pulvergemisch vermischt. Von der Pulvermischung wird der Löserückstand bestimmt. Im Vergleich mit dem unbehandelten Pulver aus Beispiel 2 ergibt sich ein verbessertes Löserückstandsverhalten (s.h. Tabelle 1 und vgl. Beispiel 2).

#### Beispiel 4:

Von der Mischung aus Beispiel 3 werden 8 kg in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 32 kN/cm Walzenlänge verarbeitet. Es werden ca. 3 kg Gutkorn erhalten, wovon der Löserückstand bestimmt wird. Die zusätzliche Kompaktierung bewirkt ein verbessertes Löserückstandsverhalten (s.h. Tabelle 1 und vgl. Beispiel 3).

#### Beispiel 5:

Von der Mischung aus Beispiel 3 werden 10 kg in einem Trockenschrank 1h bei 75°C wärmebehandelt. Durch die Warmlagerung wird das Löserückstandsverhalten verbessert (s.h. Tabelle 1 und vgl. Beispiel 3).

#### Beispiel 6:

Das Material aus Beispiel 5 wird in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von

gegenüber den Beispielen 1, 2, 3, 4 und 5 verbessert. Anhand der Röntgenpulverdiffraktometrie ist zu erkennen, dass sich die Anteile der polymorphen

Disilicat-Phasen nicht verändert haben: Alpha-Disilicat 19,3%, Beta-Disilicat 9,9%, Delta-Disilicat 70,8%.

Beispiel 7:

- 5 Von dem Material aus Beispiel 6 werden 4 kg ca. 45 min mit einer Kugelmühle U 280A0 der Fa. Welte, die innen metallausgekleidet ist und deren Trommel sich mit ca. 50 U/min dreht, gemahlen. Als Mahlkörper werden 44 kg Porzellan- kugeln eingesetzt. Durch die Mahlung wird das Löserückstandsverhalten gegenüber dem Granulat aus Beispiel 6 verbessert (s.h. Tabelle 1 und vgl. Beispiel 6).

10

Beispiel 8 (Vergleich):

- In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 2 mit einer Lösung aus 96 %-iger Schwefelsäure und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen
- 15 Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 1 Stunde bei 85°C wärmebehandelt und danach in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 32 kN/cm Walzenlänge verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten, wovon der Löserückstand bestimmt wird (siehe Tabelle 1). Das gegenüber Beispiel 6 niedrigere Wasser-zu-Säure-Verhältnis bewirkt
- 20 ein verschlechtertes Löserückstandsverhalten.

Beispiel 9:

- In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 2 mit einer Lösung aus
- 25 96 %-iger Schwefelsäure und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 1 Stunde bei 85°C wärmebehandelt und danach in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 32 kN/cm Walzenlänge verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten, wovon der Löserückstand bestimmt wird (siehe

## Beispiel 10:

In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 2 mit einer Lösung aus 96 %-iger Schwefelsäure und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen

- 5 Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 1 Stunde bei 85°C wärmebehandelt und danach in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 32 kN/cm Walzenlänge verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten, wovon der Löserückstand bestimmt wird (siehe Tabelle 1). Trotz der hohen Säure/Wasser-Einsatzmenge ist das
- 10 Löserückstandsverhalten ähnlich gut wie in Beispiel 6.

## Beispiel 11:

In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 2 mit einer Lösung aus

- 15 96 %-iger Schwefelsäure und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 10 min bei 100°C wärmebehandelt und danach in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 32 kN/cm Walzenlänge verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten, wovon der Löserückstand bestimmt wird (siehe
- 20 Tabelle 1). Trotz der geänderten Bedingungen bei der Wärmebehandlung ist das Löserückstandsverhalten ähnlich gut wie in Beispiel 6.

## Beispiel 12:

In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines

- 25 schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 2 mit einer Lösung aus 96 %-iger Schwefelsäure und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 1h bei 85°C wärmebehandelt und danach in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 100 kN/cm Walzenbreite verarbeitet. Es werden ca. 4 kg



### Beispiel 13 (Vergleich)

Von einem weiteren kommerziell erhältlichen kristallinen schichtförmigen Natriumdisilicat-Pulver (SKS-6 Pulver, Clariant GmbH) wird der Löserückstand bestimmt. Die Messwerte sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Die

- 5 Röntgenpulverdiffraktometrie ergibt die Anteile der polymorphen Disilicat-Phasen: Alpha-Disilicat 9,8 Gew.-%, Beta-Disilicat 1,7 Gew.-% und Delta-Disilicat 88,5 Gew.-%. Vergleicht man die Phasenzusammensetzungen und Löserückstände der Beispiele 13 und 2, so zeigt sich, dass ein höherer delta-Phasen-Gehalt zu einem günstigeren Effekt führt. Der Effekt, den man durch Erhöhen des delta-
- 10 Phasenanteils erzielt, ist etwa mit dem zu vergleichen, den man durch einfaches Vermischen von kristallinem schichtförmigen Natriumdisilicat-Pulver mit Wasser und Schwefelsäure erzielt (vgl. Beispiele 2 und 3).

### Beispiel 14:

- 15 In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 13 mit einer Lösung aus 96 %-iger Schwefelsäure und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 1 Stunde bei 85°C wärmebehandelt und danach in einem
- 20 Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 32 kN/cm Walzenbreite verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten, wovon der Löserückstand bestimmt wird (siehe Tabelle 1). Der Löserückstand ist günstiger als bei Beispiel 13. Die Röntgenpulverdiffraktometrie zeigt, dass sich die Phasenverteilung des Natriumdisilicates nicht verändert hat: Alpha-Disilicat 10,6 %, Beta-Disilicat 0 %, Delta-Disilicat 89,4 %.
- 25

### Beispiel 15 (Vergleich):

Von einer nach EP 0 849 355 hergestellten pulverförmigen Wasch- und Reinigungsmittel-Komponente wird der Löserückstand bestimmt (s.h. Tabelle 1).

In einem Pflugscharmischer der Firma Lodige wird in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 13 mit einer Lösung aus saurem

Polycarboxylat (Fa. Stockhausen, Typ W78230, 45 %ige Lösung, 9,5 mmol  $H^+$ /g Aktivsubstanz) und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 1h bei 85°C wärmebehandelt und danach in einem Rollkompaktor bei einem

- 5    Pressdruck von 50 kN/cm Walzenbreite verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten, wovon der Löserückstand bestimmt wird (s.h. Tabelle 1). Durch das höhere Wasser-zu-Säure-Verhältnis und die Kompaktierung ist das Löserückstandsverhalten wesentlich besser als bei Vergleichsbeispiel 15.

10    Beispiel 17:

In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 13 mit einer Lösung aus saurem Polycarboxylat (Fa. Stockhausen, Typ W78230, 45 %ige Lösung, 9,5 mmol  $H^+$  /g Aktivsubstanz) und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird nicht wärmebehandelt sondern direkt in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 50 kN/cm Walzenbreite verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten, wovon der Löserückstand bestimmt wird (s.h. Tabelle 1). Das Löserückstandsverhalten ist wesentlich besser als bei Vergleichsbeispiel 15.

20

Beispiel 18:

In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 13 mit einer Lösung aus 90 %-iger Essigsäure und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen

- 25    Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemischs vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 1 Stunde bei 80°C wärmebehandelt und danach in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 50 kN/cm Walzenbreite verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten, wovon der Löserückstand bestimmt wird (siehe Tabelle 1). Das Löserückstandsverhalten ist wesentlich besser als bei

## Beispiel 19:

In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines Schichtförmigen Natriumdisilicat-Pulver SKS-6 aus Beispiel 13 mit einer Lösung aus Zitronensäure und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 1 Stunde bei 80°C wärmebehandelt und danach in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 50 kN/cm Walzenbreite verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten wovon der Löserückstand bestimmt wird (siehe Tabelle 1). Das Löserückstandsverhalten ist wesentlich besser als bei Vergleichsbeispiel 13.

10

## Beispiel 19a:

Nach US 5,540,855 wird in einem Pflugscharmischer der Firma Lödige in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver SKS-6 aus Beispiel 13 mit Zitronensäure in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 50 kN/cm Walzenbreite verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten wovon der Löserückstand bestimmt wird (siehe Tabelle 1). Das Löserückstandsverhalten ist gegenüber Beispiel 19 wesentlich verschlechtert.

## 20 Beispiel 20:

In einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 13 mit einer Lösung aus gefällter Kieselsäure (Typ Sipernat 22 S, Fa. Degussa) und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 1 Stunde bei 80°C wärmebehandelt und danach in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 50 kN/cm Walzenbreite verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten, wovon der Löserückstand bestimmt wird (siehe Tabelle 1). Das Löserückstandsverhalten ist wesentlich besser als bei Vergleichsbeispiel 13.

in einem Pflugscharmischer der Firma Lödige wird in zwei Ansätzen kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat-Pulver aus Beispiel 13 mit einer Lösung aus

Natriumhydrogensulfat und Wasser in den in Tabelle 1 angegebenen Mengenverhältnissen zu 9 kg Pulvergemisch vermischt. Die Mischung wird in einem Trockenschrank 1 Stunde bei 80°C wärmebehandelt und danach in einem Rollkompaktor bei einem Pressdruck von 50 kN/cm Walzenbreite verarbeitet. Es werden ca. 4 kg Gutkorn erhalten wovon der Löserückstand bestimmt wird (siehe Tabelle 1). Das Löserückstandsverhalten ist wesentlich besser als bei Vergleichsbeispiel 13.

Beispiele 22 bis 26 und 29 bis 34:

- 10 Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" werden Test-Waschmittel mit den in Tabelle 2 angegebenen Zusammensetzungen hergestellt.

Beispiel 27:

- 15 Im Pflugscharmischer der Fa. Lödige wird eine Wasserenthärter-Formulierung entsprechend Tabelle 2 hergestellt, wobei die festen Komponenten 15 Minuten bei 300 U/min gemischt werden. Das Alkylethoxylat wird geschmolzen und unter Mischen aufgesprüht.

- 20 Beispiel 28:

Nach der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und Tablettierung von Waschmitteln" werden Waschmittel-Tabletten mit Zusammensetzungen entsprechend Tabelle 2 hergestellt.

- 25 Beispiel 35:

Im Pflugscharmischer der Fa. Lödige wird eine Fleckensalz-Formulierung entsprechend Tabelle 2 hergestellt, wobei die festen Komponenten 15 Minuten bei 300 U/min gemischt werden. Das Alkansulfonat wird geschmolzen und unter Mischen aufgesprüht.

Beispiele 36 bis 38:

Nach der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Maschinengeschirreiniger" werden Maschinengeschirreiniger mit der Zusammensetzungen entsprechend Tabelle 3 hergestellt.

5

Beispiel 39:

Ein Maschinengeschirreiniger mit der in Tabelle 4 angegebenen Zusammensetzung wird so hergestellt, dass man in einem Dispergator (Ultraturrax, Fa. Hanke und Kunkel) Wasserglas, Phosphat, Soda, Natriumhydroxid, Phosphonat, Polymer, Alkansulfonat, Phosphorsäureester miteinander vermischt. Die

10

erfindungsgemäße Builder-Zusammensetzung gemäß Beispiel 6 und Natriumhypochlorit werden zum Schluss untergemischt.

Verwendete Chemikalien:

15

AE 1	<sup>(B)</sup> Genapol 3070, Fa. Clariant GmbH
AE 2	<sup>(B)</sup> Genapol 2822, Fa. Clariant GmbH
Alkansulfonat	<sup>(B)</sup> Hostapur SAS 60, Fa. Clariant GmbH
Alkylbenzolsulfonat	<sup>(B)</sup> Marlon ARL, Fa. Hüls
Antischaum	<sup>(B)</sup> 11 Plv ASP3, Fa. Wacker
Zitronensäure	Fa. Jungbunzlauer
CMC	<sup>(B)</sup> Tylose 2000, Fa. Clariant GmbH
Enzym 1	<sup>(B)</sup> Termamyl 60T, Fa. Solvay Enzymes
Enzym 2	<sup>(B)</sup> Termamyl 120T, Fa. Solvay Enzymes
Enzym 3	<sup>(B)</sup> Savinase 6.0 TW, Fa. Solvay Enzymes
NaDCC	Fa. Olin Chemicals
Natriumacetat th	Fa. Merck KGaA
Natriumbicarbonat	Fa. Solvay
Natriumchlorid	Fa. Merck KGaA
Natriumhydroxid	<sup>(B)</sup> Microphos 300, Fa. Clariant GmbH
Natriumhypochlorit	Fa. Celanese GmbH

Natriummetasilicat ph	Fa. vanBaerle
Natriumperborat mh	Fa. Degussa
Natriumperborat th	Fa. Degussa
Natriumpercarbonat	<sup>(a)</sup> Oxyper C, Fa. Solvay Interlox
Natriumphosphat 1	Natriumtripolyphosphat, Fa. Thermphos Intl.
Natriumphosphat 2	<sup>(a)</sup> Makrophos 1018, Fa. BK Giulini
Natriumphosphat 3	<sup>(a)</sup> Thermphos NW grob, Fa. Thermphos Intl.
Natriumsulfat	Fa. Solvay 45,5 % Aktivsubstanz, Modul 2,0, Fa. Clariant
Natriumwasserglas	France SA
Opt. Aufheller	<sup>(a)</sup> Tinopal CBS-X, Fa. Ciba
Parfüm	Zitronenparfüm 78122D, Fa. Orissa
Phosphonat 1	<sup>(a)</sup> Dequest 2041, Fa. Monsanto
Phosphonat 2	<sup>(a)</sup> Dequest 200, Fa. Monsanto
Polycarboxylat 1	<sup>(a)</sup> Sokalan CP5 Pulver, Fa. BASF
Polycarboxylat 2	<sup>(a)</sup> Sokalan CP45, Fa. BASF
Polycarboxylat 3	<sup>(a)</sup> Sokalan CP5 flüssig, Fa. BASF
Polyvinylpyrrolidon	<sup>(a)</sup> Sokalan HP50, Fa. BASF
Seife	<sup>(a)</sup> Liga Grundseife HM11E
Soda	Schwersoda, Fa. Matthes&Weber
Soil release polymer	<sup>(a)</sup> SRC 1, Fa. Clariant GmbH
TAED 1	<sup>(a)</sup> Peractive AN, Fa. Clariant GmbH
TAED 2	<sup>(a)</sup> Peractive AC White, Fa. Clariant GmbH
Zeolith A	<sup>(a)</sup> Wessalith P, Fa. Degussa

Abbildung 1

Beispiele	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	19a	20	21
	Vgl	Vgl						Vgl					Vgl		Vgl					Vgl		
SKS-6 (Gew.)	96,5	99,8	93,5	93,5	93,5	93,5	93,5	94,24	98,65	86,88	93,5	93,5	99,9	93,5	75,7	93,2	93,8	92,04	97,00	78,00	88,2	93,5
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (Gew.)	-	-	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	2,88	0,1	3,88	0,48	0,48	-	0,48	-	-	-	-	-	-	-	-
H-Polymer (Gew.)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	18,0	1,9	0,5	-	-	-	-	-
MAc (Gew.)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,59	-	-	-	-
H-Cit (Gew.)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,75	22	-	-
SiO <sub>2</sub> (Gew.)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,9	-
NaHSO <sub>4</sub> (Gew.)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,5
H <sub>2</sub> O (Gew.)	3,5	0,2	6,02	6,02	6,02	6,02	6,02	2,88	1,25	9,24	6,02	6,02	0,1	6,02	6,3	5,0	5,7	7,38	2,25	0,00	6,9	6
nH <sub>2</sub> O/nH <sub>2</sub> O	-	-	34,2	34,2	34,2	34,2	34,2	2,7	34,1	6,5	34,2	34,2	-	34,2	2,0	15,3	66,7	41,9	10,7	0,0	4,7	80,0
SKS-6/nH <sub>2</sub> O	-	-	104,9	104,9	104,9	104,9	104,9	17,6	531,1	12,1	104,9	104,9	-	104,9	2,4	28,5	108,4	51,6	136,4	3,7	5,9	123,3
Lagertemp.	-	-	-	-	75	75	75	85	85	85	100	85	-	85	-	85	-	80	80	80	80	80
Pressdruck	-	-	-	32	-	32	32	32	32	32	32	100	-	32	-	50	50	50	50	50	50	50
Losestückzahl	65	90	78	37	47	12	9	78	15	17	14	10	78	4	76	2	1,3	8	6	60	4	2
Schüttdichte	910	600	-	-	606	750	853	-	-	-	-	-	-	980	535	-	830	-	-	-	-	-
d <sub>50</sub> (µm)	680	110	-	-	105	665	21	-	-	-	-	-	-	552	600	-	610	-	-	-	-	-

5) Me (is e)  
Me (is d)

Tabelle 2

	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35
Beispiele														
Schichtsilica	45	15	-	10	10	15	12	20	-	-	4	-	-	9
Schichtsilica	-	-	5	-	-	-	-	-	20	-	-	12	-	-
Schichtsilica	-	-	-	-	-	-	-	-	-	40	-	-	5	-
Zeolith A	-	20	20	-	30	40	13	31	31	16	29	-	-	-
Natriumph	-	-	-	25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Polycarbon	-	6	3	-	7	7	8	5	-	3	3	2	2	-
Soda	-	13	18	-	-	15	10	-	5	5	40	29	76	34
Natriumbic	15	-	-	-	18	5	-	-	-	-	-	-	-	-
Natriumper	-	18	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3	-
Natriumper	-	-	20	20	-	-	-	-	-	-	-	-	2	-
Natriumper	18	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-	-	-	21
TAED 1	5	5	2,5	-	-	-	5	-	-	-	-	-	-	7
Alkylbenz	-	9	9	6,7	8	-	14	10	30	-	7	6,5	-	-
Alkansulfon	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9	4,5	9	4
AE 1	10	8	5	2,2	10	2	4	25	7	18	3	-	3	-
Seife	-	1,5	-	-	1	2	1,5	-	-	13	-	-	-	1
Antischau	1	1	0,6	0,6	1	-	1	-	-	-	-	-	-	-
Enzym 1	1,5	1,5	0,6	0,6	1,5	-	1	1,5	0,5	0,5	0,3	-	-	-
Enzym 3	1,5	1,5	0,6	0,6	1,5	-	1	1,5	0,5	0,5	0,3	-	-	-



Beispiele	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35
(Gew.-%)	0,5	0,5	0,2	0,2	-	-	0,5	-	0,5	-	-	-	-	-
(Gew.-%)	0,2	-	0,1	0,1	0,2	-	0,2	-	-	-	-	-	-	-
(Gew.-%)	-	-	-	-	2	5	5	-	-	-	-	-	-	-
(Gew.-%)	-	-	-	-	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Soil release	-	-	-	-	0,8	-	1	-	-	-	-	-	-	-
CMC	-	-	-	-	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Natriumsu	2,3	-	15,4	34	7	9	5,8	6	5,5	4	4,4	-	-	22
Natriumch	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	46	-	2
Acetat th	-	-	-	-	-	-	7	-	-	-	-	-	-	-
Dosierung	65g	72g	135g	135g	72g	30g	2*40g	0,5g/l	0,5g/l	0,5g/l	80g	80g	150g	40g

Tabelle 3

Beispiele		36	37	38
Schichtsilicat aus Bsp. 6	(Gew.-%)	5	-	-
Schichtsilicat aus Bsp. 14	(Gew.-%)	-	5,2	-
Schichtsilicat aus Bsp. 16	(Gew.-%)	-	-	3
Phosphat 2	(Gew.-%)	-	47	20
Natriummetasilicat ph	(Gew.-%)	-	-	47
Soda	(Gew.-%)	32,7	27,5	18
Natriumhydroxid	(Gew.-%)	-	-	8
Natriumcitrat th	(Gew.-%)	35,0	-	-
Natriumpercarbonat	(Gew.-%)	10	-	-
Natriumperborat mh	(Gew.-%)	-	10	-
NaDCC	(Gew.-%)	-	-	1
Polycarboxylat 2	(Gew.-%)	7,5	3,5	-
TAED 2	(Gew.-%)	5	2	-
Enzym 2	(Gew.-%)	1,5	1,5	-
Enzym 3	(Gew.-%)	1,5	1,5	-
AE 2	(Gew.-%)	1,5	1,5	3
Parfüm	(Gew.-%)	0,3	0,3	-
Dosierung	-	20 g	20g	2 g/l

Tabelle 4

Beispiel		39
Phosphat 3	(Gew.-%)	25
Schichtsilicat aus Bsp. 6	(Gew.-%)	5
Soda	(Gew.-%)	1
Natriumhydroxid	(Gew.-%)	1
Phosphonat 2	(Gew.-%)	0,5
Polycarboxylat 3	(Gew.-%)	2
Alkansulfonat	(Gew.-%)	1,5
Wasserglas	(Gew.-%)	35
Natriumhypochlorit	(Gew.-%)	9
Wasser	(Gew.-%)	20
Dosierung	(g)	40

## Patentansprüche:

1. Builder-Zusammensetzung, erhältlich durch miteinander in Kontakt bringen von
- 5 a) kristallinem schichtförmigem Natriumsilikat der Formel  $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1} \cdot y\text{H}_2\text{O}$ , wobei M Natrium oder Wasserstoff, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 bedeuten,
- b) Wasser und
- c) einer sauren,  $\text{H}^+$ -abgebenden Komponente, wobei das
- 10 d) molare Verhältnis vom kristallinen schichtförmigen Natriumsilikat a) zur Gesamtmenge der abgebbaren  $\text{H}^+$  der sauren Komponente c) 4 : 1 bis 1000 : 1 beträgt und das
- e) molare Verhältnis vom Wasser b) zur Gesamtmenge der abgebbaren  $\text{H}^+$  der sauren Komponente c) 3 : 1 bis 1000 : 1 beträgt.
- 15 2. Builder-Zusammensetzung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das kristalline schichtförmige Natriumsilikat a) 0 bis 40 Gew.-% alpha-Natriumdisilicat, 0 bis 40 Gew.-% beta-Natriumdisilicat, 40 bis 100 Gew.-% delta-Natriumdisilicat und 0 bis 40 Gew.-% amorphe Anteile enthält.
- 20 3. Builder-Zusammensetzung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass das kristalline schichtförmige Natriumsilikat a) 80 bis 100 Gew.-% delta-Natriumdisilicat enthält.
- 25 4. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das kristalline schichtförmige Natriumsilikat a) zusätzliche kationische und/oder anionische Bestandteile enthält.
5. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4,

6. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der sauren Komponente c) um anorganische Säuren, organische Säuren, saure Salze oder Mischungen derselben handelt.

5

7. Builder-Zusammensetzung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der sauren Komponente c) um Protonensäuren, deren Anionen Bor, Kohlenstoff, Silicium, Stickstoff, Phosphor, Arsen, Antimon, Schwefel, Selen, Tellur, Fluor, Chlor und/oder Brom enthalten, Monocarbonsäuren, Dicarbonsäuren,

10 Tricarbonsäuren, Oligocarbonsäuren, Polycarbonsäuren, Homo- und/oder Copolymere auf Monomerbasis von Acrylsäure, Maleinsäure, Vinylsulfonsäure, Vinylacetat, Asparaginsäure und/oder Zuckercarbonsäure, Natriumhydrogensulfat und/oder Natriumhydrogencarbonat handelt.

15 8. Builder-Zusammensetzung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der sauren Komponente c) um Schwefelsäure, Kieselsäuren, Sulfonsäuren, Phosphorsäure, Phosphonsäuren, bevorzugt 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure und Aminopolymethylenphosphonsäure, Salzsäure, Borsäure, Kohlensäure, Essigsäure, Zitronensäure, Ascorbinsäure, Glutarsäure, Gluconsäure, 20 Glucolsäure, Bernsteinsäure, Weinsäure, Hydroxybernsteinsäure, Maleinsäure, Malonsäure, Oxalsäure, Polyacrylsäuren mit Molgewichten von 200 bis 10000 g/mol, Copolymere auf Basis von Acrylsäure und Maleinsäure mit Molgewichten von 2000 bis 70000g/mol und/oder Natriumhydrogensulfat handelt.

25 9. Builder-Zusammensetzung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der sauren Komponente c) um Schwefelsäure, Kieselsäuren, Essigsäure, Zitronensäure, Polyacrylsäure mit Molgewichten von 1000 bis 5000 g/mol, Copolymere auf Monomerbasis von Acrylsäure und Maleinsäure mit Molekulargewichten von 4000 bis 70000g/mol und/oder Natriumhydrogensulfat

10. Builder-Zusammensetzung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der sauren Komponente c) um Schwefelsäure handelt.

11. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die nach in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) erhaltene Zusammensetzung gemahlen wird und anschließend gegebenenfalls kornfraktioniert wird.

5

12. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die nach in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) erhaltene Zusammensetzung kompaktiert wird, danach gemahlen wird und anschließend gegebenenfalls kornfraktioniert wird.

10

13. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass nach dem in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) und/oder nach dem Kompaktieren und/oder nach dem Mahlen und/oder nach der Kornfraktionierung eine Wärmebehandlung erfolgt.

15

14. Builder-Zusammensetzung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass nach dem in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) zuerst wärmebehandelt, dann kompaktiert, dann gemahlen und anschließend gegebenenfalls kornfraktioniert wird.

20

15. Builder-Zusammensetzung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass nach dem in Kontakt bringen der Komponenten a), b) und c) zuerst kompaktiert, dann gemahlen, dann gegebenenfalls kornfraktioniert und anschließend wärmebehandelt wird.

25

16. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 12 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der Kompaktierung um eine Rollkompaktierung handelt.

Kompaktierhilfsmittel, bevorzugt Wasser, Wasserglas, Polyethylenglykol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymere, modifizierte

und/oder unmodifizierte Cellulosen, Bentonite, Hectorite und/oder Saponite, eingesetzt werden.

18. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 17,  
5 dadurch gekennzeichnet, dass es sich dabei um ein Pulver mit einer mittleren Teilchengröße von 0,1 bis 4000  $\mu\text{m}$ .
19. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 17,  
dadurch gekennzeichnet, dass es sich dabei um ein Granulat mit einer mittleren  
10 Teilchengröße von 200 bis 2000  $\mu\text{m}$  handelt.
20. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 19,  
dadurch gekennzeichnet, dass es sich dabei um ein gemahlenes Granulat mit einer  
mittleren Teilchengröße von 0,1 bis 300  $\mu\text{m}$  handelt.  
15
21. Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 20,  
dadurch gekennzeichnet, dass der Löserückstand einer 0,25 %igen wässrigen  
Lösung, bei 20°C und nach 20 Minuten Rühren, kleiner oder gleich 50 %, ist.
- 20 22. Wasch- oder Reinigungsmittel, enthaltend mindestens eine Builder-  
Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 21.
23. Reinigungsmittel nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, dass es sich  
dabei um einen Maschinengeschirreiniger oder ein Maschinengeschirrspülmittel  
25 handelt.
24. Wasch- oder Reinigungsmittel nach Anspruch 22 und/oder 23, dadurch  
gekennzeichnet, dass es
- a) 0,5 bis 98 Gew.-% der Builder-Zusammensetzung
  - d) optional 0,5 bis 80 Gew.-% pH-Regulatoren
  - e) optional 1 bis 70 Gew.-% Bleichmittel

f) ad 100 Gew.-% enthält.

25. Komponente eines Waschmittel-Baukastensystems, dadurch gekennzeichnet, dass sie 60 bis 100 Gew.-% einer Builder-Zusammensetzung nach  
5 mindestens einem der Ansprüche 1 bis 21 enthält.

26. Wasserenthärter, enthaltend mindestens eine Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 21.

10 27. Wasserenthärter nach Anspruch 26, dadurch gekennzeichnet, dass er  
a) 0,5 bis 99 Gew.-% der Builder-Zusammensetzung  
b) optional 0,5 bis 80 % Gew.-% Cobuilder  
c) optional 0 bis 10 % grenzflächenaktive Substanzen und  
d) optional 0,5 bis 80 % pH-Regulatoren enthält.

15

28. Wasch- und Reinigungsmittel, Wasserenthärter oder Komponente eines Waschmittel-Baukastensystems, dadurch gekennzeichnet, dass es mindestens eine Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 21 in Form eines Compounds der Zusammensetzung

20 a) 70 bis 99,5% der Builder-Zusammensetzung und  
b) 0,5 bis 30% anionische, kationische, nichtionische und/oder zwitterionische Tenside enthält.

25 29. Wasch- und Reinigungsmittel, Wasserenthärter oder Komponente eines Waschmittel-Baukastensystems, dadurch gekennzeichnet, dass es mindestens eine Builder-Zusammensetzung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 21 in Form eines Compounds der Zusammensetzung

a) 50 bis 99 Gew.-% der Builder-Zusammensetzung,  
b) 0,01 bis 10 Gew.-% Farbstoff und

30. Mittel oder Komponente nach mindestens einem der Ansprüche 22 bis 29, dadurch gekennzeichnet, dass es in Tablettenform vorliegt.



Zusammenfassung:

Builder-Zusammensetzung

- 5 Gegenstand der Erfindung sind Builder-Zusammensetzungen, erhältlich durch miteinander in Kontakt bringen, von
- a) kristallinem schichtförmigem Natriumsilikat der Formel  $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1} \cdot y\text{H}_2\text{O}$ , wobei M Natrium oder Wasserstoff, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 bedeuten,
  - 10 b) Wasser und
  - c) einer sauren,  $\text{H}^+$ -abgebenden Komponente, wobei das
  - d) molare Verhältnis vom kristallinen schichtförmigen Natriumsilikat a) zur Gesamtmenge der abgebbaren  $\text{H}^+$  der sauren Komponente c) 4 : 1 bis 1000 : 1 beträgt und das
  - 15 e) molare Verhältnis vom Wasser b) zur Gesamtmenge der abgebbaren  $\text{H}^+$  der sauren Komponente c) 3 : 1 bis 1000 : 1 beträgt.

Weiterhin Gegenstand der Erfindung sind Wasch-, Reinigungsmittel, Compounds und Wasserenthärter enthaltend die erfindungsgemäßen Builder-Zusammensetzungen.

20